

## Kualitas air laut – Bagian 1: Cara uji nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) dengan sulfanilamid secara spektrofotometri





© BSN 2003

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Mangala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	2
3.1 Prinsip.....	2
3.2 Bahan .....	2
3.3 Peralatan .....	3
3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji.....	4
3.5 Persiapan pengujian .....	4
3.6 Prosedur .....	6
3.7 Perhitungan .....	7
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	7
4.1 Jaminan mutu .....	7
4.2 Pengendalian mutu.....	7
5 Rekomendasi.....	8
Lampiran A (informatif) Presisi dan akurasi.....	9
Lampiran B (normatif) Pelaporan.....	10
Bibliografi .....	11



## Prakata

Dalam usaha untuk menyeragamkan teknik pengujian kualitas air laut sebagaimana telah ditetapkan dalam keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air laut sebagaimana yang tercantum didalam keputusan Menteri tersebut.

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini disusun dengan mengadaptasi beberapa metode standar, seperti *ASTM*, *Standard Methods*, dan *JIS*, yang dikerjakan dengan cara melakukan validasi metode. Secara teknis, SNI ini disiapkan oleh Sub Panitia Teknis *Parameter Uji Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan* dan telah disepakati dalam rapat konsensus tanggal 29 Oktober 2002 di Jakarta.





## Kualitas air laut – Bagian 1: Cara uji nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) dengan sulfanilamid secara spektrofotometri

### 1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) dalam air laut dengan sulfanilamid secara spektrofotometri pada kisaran kadar nitrit,  $\text{NO}_2\text{-N}$  0,002 mg/l – 1,000 mg /l.

Standar ini digunakan untuk contoh uji air laut yang tidak berwarna.

### 2 Istilah dan definisi

#### 2.1

##### larutan induk

larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

#### 2.2

##### larutan induk nitrit, $\text{NO}_2\text{-N}$

larutan induk yang dibuat dengan cara melarutkan 1,232 gram kristal natrium nitrit,  $\text{NaNO}_2$  dan mempunyai kadar nitrit,  $\text{NO}_2\text{-N}$  250 mg/l

#### 2.3

##### larutan baku

larutan yang dibuat dengan mengencerkan larutan induk dengan air suling bebas nitrit

#### 2.4

##### larutan kerja

larutan yang dibuat dengan mengencerkan larutan baku dengan air laut buatan yang dibuat setiap akan melakukan analisis dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

#### 2.5

##### air laut buatan

air suling bebas nitrit yang ditambah dengan bahan kimia tertentu sehingga mempunyai sifat-sifat yang mendekati sifat air laut alamiah

#### 2.6

##### larutan blanko atau air suling bebas nitrit

air suling yang tidak mengandung nitrit atau mengandung nitrit dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi



## 2.7

### **kertas saring bebas nitrit**

kertas saring yang bahan bakunya tidak mengandung nitrit atau nitrat, misalnya kertas saring yang terbuat dari selulosa asetat

## 2.8

### **kurva kalibrasi**

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi masuk yang merupakan garis lurus

## 2.9

### ***blind sample***

larutan baku dengan kadar tertentu

## 2.10

### ***spike matriks***

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

## 2.11

### ***CRM (Certified Reference Material)***

bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

## **3 Cara Uji**

### **3.1 Prinsip**

Senyawa nitrit dalam contoh uji air laut bereaksi dengan sulfanilamid dalam suasana asam menghasilkan senyawa diazonium yang sebanding dengan banyaknya senyawa nitrit dalam contoh uji. senyawa diazonium tersebut kemudian bereaksi dengan n-(1-naftil)-etilendiamin dihidroklorida (NED dihidroklorida) membentuk senyawa azo yang berwarna merah muda. Senyawa azo yang terbentuk ekuivalen dengan banyaknya senyawa diazonium yang ekuivalen dengan banyaknya nitrit dalam contoh. Warna merah muda yang terbentuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang optimal disekitar 543 nm.

### **3.2 Bahan**

#### **a) Air suling bebas nitrit**

Buat air suling bebas nitrit dengan salah satu cara dibawah ini:

- 1) Ke dalam 1000 ml air suling tambahkan sedikit kristal  $\text{KMnO}_4$  ( $\pm 5$  mg ) dan  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  atau  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ( $\pm 5$  gram ). Destilasi dengan menggunakan gelas borosilikat. Buang 50 ml destilat pertama lalu tampung destilat. Destilat harus bebas permanganat (tes



dengan menambahkan larutan DPD (N,N-Dietil-p-Phenilendiamin), warna merah menunjukkan adanya permanganat.

- 2) Ke dalam 1000 ml air suling tambahkan 1 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p dan 0,2 ml larutan  $\text{MnSO}_4$  (36,4 gram  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ /100 ml air suling). Tambahkan 1-3 ml larutan  $\text{KMnO}_4$  (400 mg  $\text{KMnO}_4$ /1000 ml air suling). Destilasi seperti no.3.2 a) 1) diatas.

b) Air laut buatan

Larutkan 25 gram  $\text{NaCl}$ ; 13,6 gram  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan 9,4 gram  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  dengan 800 ml air suling bebas nitrit dalam labu ukur 1000 ml. Tepatkan sampai tanda tera.

c) Serbuk natrium nitrit,  $\text{NaNO}_2$

d) Kertas saring bebas nitrit berukuran pori 0,45  $\mu\text{m}$

e) Larutan indikator DPD (N,N-dietil-p-phenilendiamin)

Larutkan 1 gram DPD oksalat atau 1,5 gram DPD sulfat.5  $\text{H}_2\text{O}$  atau 1,1 gram DPD sulfat anhidrat di dalam labu ukur 1000 ml dengan air suling yang mengandung 8 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1+3) dan 200 mg di-natrium EDTA. Tepatkan pada tanda tera. Simpan dalam botol gelas berwarna coklat di tempat gelap, dan buang jika sudah tak berwarna. Secara periodik cek absorbansi larutan ini dan buang jika absorbansi pada panjang gelombang 515 nm lebih dari 0,002/cm.

f) Larutan pewarna

Ke dalam 800 ml air suling bebas nitrit tambahkan 100 ml  $\text{H}_3\text{PO}_4$  85 % dan 10 gram sulfanilamid. Setelah larut tambahkan 1 gram n-(1-naftil)-etilendiamin dihidroklorida (NED dihidroklorida), kocok sampai larut. Tepatkan menjadi 1000 ml dengan air suling bebas nitrit. Larutan ini stabil selama 1 (satu) bulan pada penyimpanan dalam botol gelap pada temperatur 4°C (*refrigerator*).

g) Larutan natrium oksalat,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0,025 M.

Larutkan 3,350 gram  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (*standar primer*) dalam air suling bebas nitrit dan tepatkan menjadi 1000 ml.

CATATAN Keringkan  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  pada temperatur 105°C selama 2 jam, kemudian dinginkan dalam desikator sebelum digunakan.

h) Larutan  $\text{KMnO}_4$  0,01 M

Larutkan 1,6 gram  $\text{KMnO}_4$  dalam 1000 ml air suling bebas nitrit. Simpan dalam botol gelas coklat. Jangan gunakan larutan ini setelah 1 (satu) minggu.

i) Larutan fero amonium sulfat 0,05 M (0,05 N).

Larutkan 19,607 gram  $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  dan 20 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p dalam air suling bebas nitrit lalu tepatkan menjadi 1000 ml.

### 3.3 Peralatan

a) Spektrofotometer;



- b) Alat pengukur pH;
- c) Labu ukur 50 ml, 100 ml, 1000 ml;
- d) Pipet ukur 0,5 ml, 1,0 ml, 2,0 ml, 4,0 ml, 8,0 ml dan 10 ml;
- e) Gelas ukur 100 ml, 200 ml;
- f) Gelas piala 100 ml dan 1000 ml;
- g) Oven;
- h) Desikator;
- i) Tabung reaksi atau erlenmeyer bertutup;
- j) Timbangan analitik;
- k) Botol semprot.

### 3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

- a) Saring air suling bebas nitrit melalui kertas saring bebas nitrit yang berukuran pori 0,45  $\mu\text{m}$ , tampung hasil saringan. Larutan ini digunakan sebagai blanko penyaringan.
- b) Saring contoh uji dengan kertas saring bebas nitrit yang berukuran pori 0,45  $\mu\text{m}$ .
- c) Masukkan contoh uji ke dalam botol gelas berwarna gelap sampai penuh, sehingga tidak ada rongga atau gelembung udara.
- d) Apabila tidak dapat segera dianalisis maka contoh uji diawetkan dengan cara disimpan pada temperatur 4°C atau dalam *freezer* pada temperatur -20°C tidak lebih dari 48 jam.

### 3.5 Persiapan pengujian

#### 3.5.1 Pembuatan larutan induk nitrit, $\text{NO}_2\text{-N}$ 250 mg/l

- a) Larutkan 1,232 gram serbuk natrium nitrit,  $\text{NaNO}_2$  dengan 100 ml air suling bebas nitrit di dalam labu ukur 1000 ml. Tambahkan air suling bebas nitrit sampai tepat tanda tera.
- b) Awetkan dengan menambahkan 1 ml  $\text{CHCl}_3$ ;
- c) Pembakuan larutan induk:
  - Pipet 50 ml  $\text{KMnO}_4$  0,05 N ke dalam erlenmeyer bertutup. Tambahkan 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p, kemudian 50 ml larutan induk nitrit,  $\text{NO}_2\text{-N}$ , dengan ujung pipet tercelup ke dalam larutan  $\text{KMnO}_4$ .
  - Tutup dan kocok, panaskan diatas pemanas listrik sampai temperatur 70°C – 80°C. Kemudian angkat.
  - Tambahkan 10 ml natrium oksalat 0,025 M. Untuk menghilangkan warna  $\text{KMnO}_4$ .
  - Titrasi kelebihan  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  dengan  $\text{KMnO}_4$  0,05 N sampai berwarna merah muda.
  - Lakukan hal yang sama terhadap air suling bebas nitrit.



- Jika pembakuan dilakukan dengan larutan fero amonium sulfat (FAS), tidak dilakukan pemanasan, tetapi biarkan FAS bereaksi dengan  $\text{KMnO}_4$  selama 5 menit, sebelum dititrasi dengan  $\text{KMnO}_4$ .
- Perhitungan kadar  $\text{NO}_2\text{-N}$  dalam larutan induk sebagai berikut.

$$A = \frac{[(B \times C) - (D \times E) \times 7]}{F}$$

Keterangan:

A adalah kadar nitrit,  $\text{NO}_2\text{-N}$  dalam larutan induk, mg/ml;

B adalah volume larutan  $\text{KMnO}_4$  yang digunakan, ml;

C adalah normalitas  $\text{KMnO}_4$ .

D adalah volume FAS atau  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  yang ditambahkan, ml;

E adalah normalitas FAS atau  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ;

F adalah volume larutan induk  $\text{NaNO}_2$  yang digunakan untuk titrasi, ml.

### 3.5.2 Pembuatan larutan baku nitrit, $\text{NO}_2\text{-N}$ 10 mg/l

- Pipet 4,0 ml larutan induk  $\text{NO}_2\text{-N}$  ke dalam labu ukur 100 ml.
- Tambahkan air suling bebas nitrit sampai tepat tanda tera.
- Siapkan larutan ini pada saat akan digunakan.

### 3.5.3 Pembuatan larutan kerja $\text{NO}_2\text{-N}$

- Pipet 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; dan 10 ml larutan baku nitrit,  $\text{NO}_2\text{-N}$  (10 mg/l) masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml.
- Tambahkan air laut buatan sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh kadar nitrit,  $\text{NO}_2\text{-N}$  0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 mg /l.
- Siapkan larutan ini pada saat akan digunakan.

### 3.5.4 Standarisasi larutan $\text{KMnO}_4$ 0,05 N

- Timbang 100 – 200 mg  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  bebas air ke dalam gelas kimia 400 ml.
- Tambahkan 100 ml air suling bebas nitrit, aduk sampai larut.
- Tambahkan 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1+1).
- Panaskan sampai temperatur  $90^\circ\text{C}$  –  $95^\circ\text{C}$ .
- Segera titrasi dengan  $\text{KMnO}_4$  sampai berwarna merah muda.
- Selama titrasi dijaga agar temperatur tidak  $< 85^\circ\text{C}$ , jika perlu sambil direndam dalam air panas.



- g) Lakukan langkah 3.5.4 c) sampai 3.5.4 f) terhadap air suling bebas nitrit (sebagai blanko).
- h) Tentukan normalitas  $\text{KMnO}_4$  dengan perhitungan berikut.

$$N \text{ KMnO}_4 = \frac{w}{(A-B)} \times 0,33505$$

dengan pengertian:

w adalah berat  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , gram;

A adalah volume  $\text{KMnO}_4$  untuk titrasi  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , ml;

B adalah volume  $\text{KMnO}_4$  untuk titrasi blanko, ml.

### 3.5.5 Pembuatan kurva kalibrasi

- a) Optimalkan spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat.
- b) Ke dalam 50 ml masing-masing larutan kerja, tambahkan 2 ml larutan pewarna.
- c) Ukur absorbansinya pada kisaran waktu antara 10 menit sampai 2 jam.
- d) Buat kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansinya pada panjang gelombang optimal disekitar 543 nm.

### 3.6 Prosedur

- a) Atur pH contoh uji antara 5-9 dengan menambahkan HCl atau  $\text{NH}_4\text{OH}$ .
- b) Masukkan 50 ml contoh uji ke dalam erlenmeyer 100 ml.
- c) Tambahkan 2 ml larutan pewarna dan kocok.
- d) Ukur absorbansinya pada kisaran waktu antara 10 menit sampai 2 jam setelah penambahan larutan pewarna.
- e) Pengukuran blanko:  
Masukkan 50 ml air laut buatan ke dalam erlenmeyer 100 ml lakukan langkah 3.6 c) dan 3.6 d).
- f) Untuk kontrol kontaminasi pada kertas saring, Masukkan 50 ml blanko penyaringan pada langkah 3.4. a) ke dalam erlenmeyer 100 ml. Lakukan langkah 3.6 c) dan 3.6 d).
- g) Lakukan analisis contoh uji secara duplo;
- h) Pembuatan *spike matriks*:
  - 1) 40 ml contoh uji ditambah 10 ml larutan baku  $\text{NO}_2\text{-N}$  2,5 mg/l. Lakukan langkah 3.6 c) dan 3.6 d);
  - 2) 40 ml contoh uji ditambah 10 ml air laut buatan. Lakukan langkah 3.6 c) dan 3.6 d).



### 3.7 Perhitungan

#### 3.7.1 Kadar nitrit

- Masukkan hasil pembacaan absorbansi blanko ke dalam kurva kalibrasi.
- Masukkan hasil pembacaan absorbansi contoh uji ke dalam kurva kalibrasi.
- Kadar Nitrit adalah hasil pembacaan konsentrasi contoh uji dari kurva kalibrasi.

#### 3.7.2 Persen temu balik ( % Recovery ,% R)

$$\% R = \frac{A - B}{C} \times 100 \%$$

dengan pengertian:

A adalah kadar contoh uji yang *dispike*, mg/l;

B adalah kadar contoh uji yang tidak *dispike*, mg/l;

C adalah kadar standar yang diperoleh (*target Value*), mg/l;

$$= \frac{y \times z}{v}$$

Keterangan:

y adalah volume standar yang ditambahkan (ml);

z adalah kadar nitrit yang ditambahkan (mg/l);

v adalah volume akhir (ml).

## 4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

### 4.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi atau terverifikasi.
- Gunakan air laut buatan untuk pembuatan blanko dan larutan kerja.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum (*holding time*).

### 4.2 Pengendalian mutu

- Linieritas kurva kalibrasi (r) harus  $\geq 0,95$  dan intersep  $\leq$  batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kadar nitrit dalam larutan blanko harus  $<$  batas deteksi.



- c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis. Perbedaan hasil analisis duplo <20 %.

## 5 Rekomendasi

### Kontrol akurasi

1) Analisis *CRM*

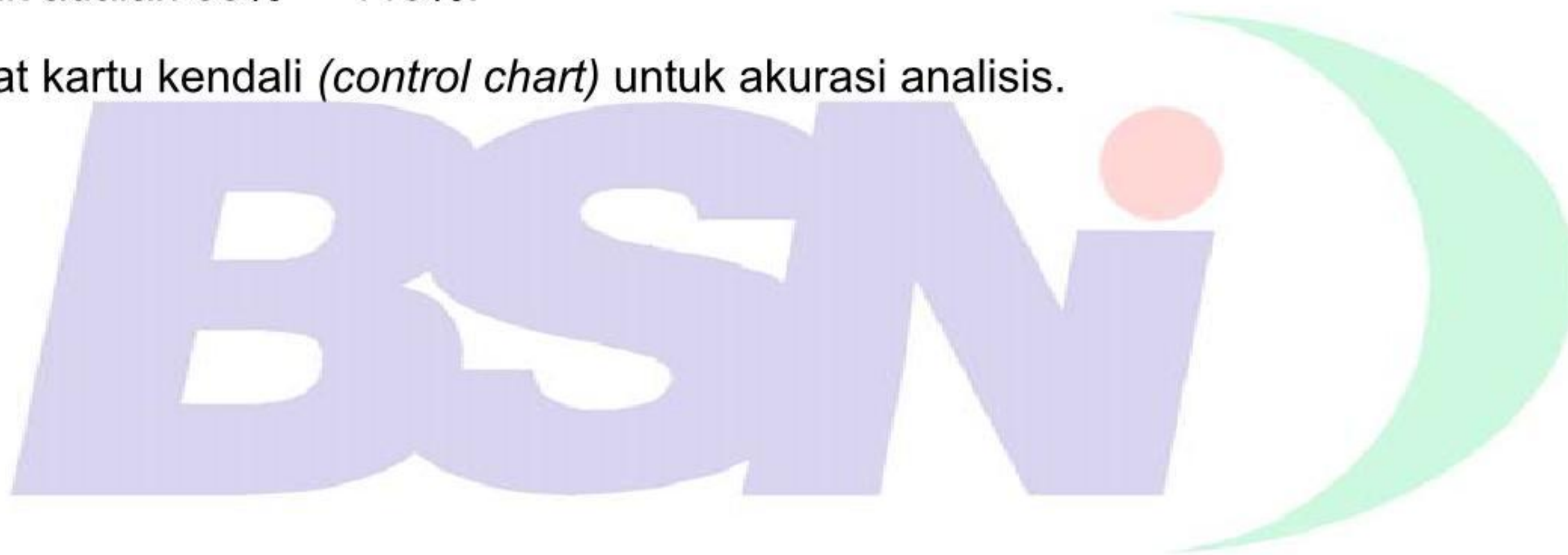
Lakukan analisis *CRM* (*Certified Reference Material*) untuk kontrol akurasi. Larutan pekat *CRM* diencerkan dengan air laut buatan sampai konsentrasi 0,5 mg/l. Kemudian lakukan langkah 3.6 c) dan 3.6 d) dari 3.6.

2) Analisis *blind sample*.

- 3) Kisaran persen temu balik adalah 85% – 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat *CRM*.

- 4) Untuk kontrol gangguan matriks lakukan analisis *spike matriks*. Kisaran persen temu balik adalah 85% – 115%.

- 5) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.





## Lampiran A

(informatif)

### Presisi dan akurasi

Validasi metode cara uji Nitrit,  $\text{NO}_2\text{-N}$ , dalam air laut dengan sulfanilamid secara Spektrofotometri telah dilakukan oleh 5 (lima) orang analis dalam satu laboratorium dengan waktu dan alat yang berbeda, memberikan simpangan baku (standar deviasi) antara 0,15 - 1,19.

Uji temu balik dilakukan terhadap contoh uji air laut ditambah larutan baku  $\text{NO}_2\text{-N}$  dengan kadar nitrit,  $\text{NO}_2\text{-N}$  2,5 mg/l memberikan nilai antara 90,78% - 107,31%.





## Lampiran B

(normatif)

### Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut.

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Batas deteksi.
- 8) Perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran duplo.
- 10) Hasil pengukuran blanko.
- 11) Hasil pengukuran persen *spike matriks* dan *CRM* atau *blind sample*.
- 12) Kadar nitrit dalam contoh uji.



## Bibliografi

Hutagalung, Horas P., Dkk (Editor) 1997, *Metode Analisis Air Laut, Sedimen dan Biota*, Buku 2, Jakarta : P3O-LIPI.

Leonore S.F. Cleveri et al. 1998, *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*, No. 3112, 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC : APHA, AWWA, WEF.

SNI 19-4190-1996, *Rujukan karya tulis*, Jakarta : DSN























**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)